



# AUSLEGESCHRIFT

## 1248 287

Deutsche Kl.: 39 b - 22/04

Nummer: 1 248 287  
 Aktenzeichen: F 47968 IV c/39 b  
Anmeldetag: 18. Dezember 1965  
Auslegetag: 24. August 1967

## 1

Polyurethanskunststoffe, bei deren Herstellung siliciumorganische Verbindungen mitverwendet werden, sind bekannt. Ihre Herstellung geschieht dadurch, daß in die Polyurethanmasse im Kneter, Innenmischer oder auf der Mischwalze Polysiloxane eingearbeitet werden. Vorteilhafter erscheinen Verfahren, bei denen Polysiloxane verwendet werden, die reaktionsfähige Wasserstoffatome enthalten, über die sie nach dem Isocyanat-Polyadditions-Verfahren in das Polyurethan eingebaut werden. In diesen derartig modifizierten Polyurethanen übt die Polysiloxangruppierung eine Schutzwirkung gegenüber hydrolytischen Einflüssen aus. Die stabilisierende Wirkung gegenüber Feuchtigkeitseinfluß tritt besonders in aus Polyester aufgebauten Polyurethanen hervor. Es ist auch bereits bekannt, opake Polyurethane unter Mitverwendung von Polysiloxanen herzustellen.

Die bis jetzt bekanntgewordenen Verfahren zur Herstellung von Polyurethanskunststoffen, bei deren Herstellung Polysiloxane mitverwendet werden, beschränken sich auf die Herstellung von Polyurethanmassen, die entweder aus der Schmelze unter Formgebung oder mit Hilfe der in der Spritzgußtechnik gebräuchlichen Maschinen oder durch Verpressen, Extrudieren oder Granulieren verarbeitet werden oder die sich aus organischer Lösung verstreichen oder versprühen lassen.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von Folien, Filmen, Fäden oder Flächengebilden, einschließlich Beschichtungen, aus nach dem Isocyanat-Polyadditions-Verfahren auf der Grundlage von Verbindungen mit reaktionsfähigen Wasserstoffatomen mit einem Molekulargewicht von 300 bis 20 000, Polyisocyanaten und, gegebenenfalls Kettenverlängerungsmitteln, in bekannter Weise hergestellten wäßrigen Polyurethandispersionen durch Koagulation oder Entfernen des Wassers durch Verdunsten, gegebenenfalls bei erhöhter Temperatur und gegebenenfalls in Gegenwart von bekannten Vernetzungsmitteln, dadurch gekennzeichnet, daß solche Polyurethandispersionen verwendet werden, bei deren Herstellung 0,05 bis 300 Gewichtsprozent Polysiloxane mit gegenüber NCO-Gruppen reaktionsfähigen Wasserstoffatomen mit einem Molekulargewicht von 194 bis 20 000, bezogen auf die Verbindung mit reaktionsfähigen Wasserstoffatomen mit einem Molekulargewicht von 300 bis 20 000, mitverwendet worden sind.

Die auf diese Weise erhaltenen Polyurethanformkörper aus wäßrigen Dispersionen sind durch den chemischen Einbau der Polysiloxane charakterisiert, wodurch ein Auswandern, Ausschwitzen oder eine Extraktion der Polysiloxane unmöglich ist. Durch die

Verfahren zur Herstellung von Formkörpern aus wäßrigen Polyurethandispersionen

5

Anmelder:

Farbenfabriken Bayer Aktiengesellschaft,  
Leverkusen

Als Erfinder benannt:

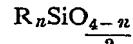
Dr. Wolfgang Keberle,  
Dr. Dieter Dieterich,  
Dr. Artur Reischl, Leverkusen;  
Karl Schäfer, Krefeld

20

## 2

Polysiloxanmodifizierung werden die Polyurethanskunststoffe besonders geschmeidig. Bereits die Mitverwendung geringer Mengen an Polysiloxanen in den Dispersionen genügt, um den daraus erhaltenen Polyurethanüberzügen einen angenehmen, weichen, vollen und warmen Griff zu verleihen.

Die Polysiloxane mit reaktionsfähigen Wasserstoffatomen in den erfindungsgemäß zu verwendenden Dispersionen gehorchen der allgemeinen Summenformel



in der R gegebenenfalls indifferent substituierte aliphatische, cycloaliphatische oder aromatische Kohlenwasserstoffreste, vorzugsweise Methyl- oder Phenylreste sind, während  $n$  einen Wert von mehr als 1 und höchstens 3 hat. Mindestens einmal im Molekül ist R ein carbofunktioneller organischer Rest, dem im allgemeinen die Gruppierung

45

$- R' - Y$

zugesprochen werden kann, worin  $R'$  ein zweiwertiger aliphatischer Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, der durch Äther- bzw. durch Thioäthergruppen unterbrochen sein kann, und Y beispielsweise eine Hydroxyl-, Mercapto-, Carboxyl- oder eine primäre oder sekundäre Aminogruppe ist.

Solche carbofunktionellen Reste sind beispielsweise:

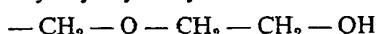
Hydroxymethyl



Hydroxybutyl



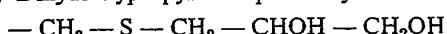
$\beta$ -Hydroxyäthyloxymethyl



$\beta$ -Hydroxyäthylmercaptopromethyl



$\beta, \gamma$ -Dihydroxypropylmercaptopromethyl



Mercaptomethyl



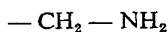
$\beta$ -Mercaptoäthylmercaptopromethyl



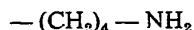
$\beta$ -Carboxyäthyl



Aminomethyl



$\delta$ -Aminobutyl



n-Butylaminomethyl



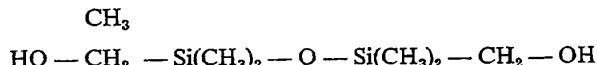
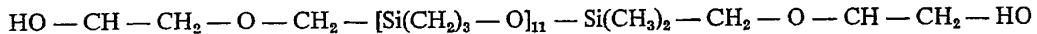
Die Organopolysiloxane sind nach bekannten Verfahren zugänglich. Beispielsweise können die besonders geeigneten Hydroxymethylpolysiloxane durch direkte Umsetzung von Brommethylpolysiloxanen mit alkoholischer Kalilauge dargestellt werden. 4-Aminobutylpolysiloxane werden über die Hydrierung der leicht zugänglichen Nitrile hergestellt, entsprechende Carboxylderivate durch Verseifung der Cyanoalkylsiliciumverbindungen. Aminomethylsiloxane werden durch Aminierung der Halogenmethylsiliciumverbindungen mit Ammoniak oder primären Aminen gewonnen.

In vielen Fällen werden die funktionellen Gruppen zunächst an niedermolekularen Siloxanen eingeführt; die so gewonnenen Produkte werden dann durch die bekannte Äquilibrierungsreaktion in höhermolekulare Polysiloxane übergeführt.

Bevorzugt sind Polysiloxane mit einem Molekulargewicht von 194 bis 20 000 und besonders zwischen 500 und 6000. Bevorzugt sind ferner im wesentlichen lineare Polysiloxane und solche mit endständigen Hydroxyl- oder Aminogruppen.

Solche Polysiloxane sind beispielsweise in der französischen Patentschrift 1 291 937 und in der deutschen Auslegeschrift 1 114 632 beschrieben.

Beispielsweise sind folgende Polysiloxane geeignet:



Die Mengenverhältnisse der Komponenten in den erfundungsgemäß verwendeten Dispersionen können in weiten Grenzen variieren, je nachdem, ob weiche, flexible oder elastische oder sehr harte Kunststoffe hergestellt werden sollen.

Im letztgenannten Fall braucht die Menge der Verbindungen mit reaktionsfähigen Wasserstoffatomen mit einem Molekulargewicht von 300 bis 20 000 nicht mehr als 10% der Polyurethanmasse zu betragen, sie kann aber auch niedriger sein. Das Molekulargewicht der zu verwendenden Polyhydroxylverbindungen kann zwischen 300 und 20 000, vorzugsweise 800 bis 4000, liegen. Niedrige Molekulargewichte werden vor allem für harte Materialien bevorzugt.

In dem erfundungsgemäß Verfahren werden polysiloxanmodifizierte wässrige Polyurethandispersionen mit Feststoffgehalten zwischen 10 und 60% verwendet, wobei diese außerdem eingebaute Salzgruppen enthalten können.

Beispiele für die Herstellung von Polyurethandispersionen, bei deren Herstellung die Polysiloxane mitverwendet werden, finden sich in den deutschen

Auslegeschriften 1 187 012, 1 184 946, 1 178 586 und 1 179 363, in den belgischen Patentschriften 653 223, 658 026, in der britischen Patentschrift 883 568, in der französischen Patentschrift 1 108 785, in der USA-Patentschrift 3 178 310 und in den Polymer Preprints, 6 (1965), Nr. 1, S. 156 bis 162, und in der belgischen Patentschrift 688 299.

Bei der Herstellung der erfundungsgemäß zu verwendenden, wässrigen Polyurethandispersionen wird im allgemeinen zunächst aus der Verbindung mit reaktionsfähigen Wasserstoffatomen mit einem Molekulargewicht von 300 bis 20 000, den Polysiloxanen mit reaktionsfähigen Wasserstoffatomen mit einem

Molekulargewicht von 194 bis 20 000, Polyisocyanaten, und den gegebenenfalls mitzuverwendenden Kettenverlängerungsmitteln, ein Isocyanatgruppen enthaltendes Voraddukt hergestellt und in organischer Lösung, gegebenenfalls in Gegenwart von Emulgatoren und basischen Kettenverlängerungsmitteln,

65 in Wasser dispergiert oder umgekehrt mit Emulgatoren enthaltendem Wasser unter Dispersionsbildung versetzt und gegebenenfalls das organische Lösungsmittel

entfernt. Bei der Herstellung von Dispersionen salzgruppenhaltiger Polyurethane, deren Salzgruppen entsprechend der belgischen Patentschrift 653 223 definiert sind und deren Salzgruppengehalt von 0,05 bis 10 Gewichtsprozent, vorzugsweise 0,1 bis 3 Gewichtsprozent, bezogen auf die Polyurethanmasse, variieren kann, kann das Isocyanatgruppen enthaltende Voraddukt in organischer Lösung mit einer salzartigen oder zur Salzbildung befähigten Komponente umgesetzt werden und gegebenenfalls nach Überführung der zur Salzbildung befähigten Gruppen in die Salzform Wasser zugefügt und das organische Lösungsmittel abdestilliert werden. Grundsätzlich kann auch umgekehrt vorgegangen werden, indem Wasser, das gegebenenfalls die salzartige Komponente oder die zur Salzbildung notwendige Gegenkomponente enthält, vorgelegt wird und das Isocyanatgruppen enthaltende Voraddukt oder das Polyurethan mit zur Salzbildung befähigten Gruppen eingerührt werden.

Zum Einbau geeignete salzartige oder zur Salzbildung befähigte Komponenten sind beispielsweise Taurin, Methyltaurin, Weinsäure, Glycin, Lysin, 6-Aminocapronsäure, Diaminobenzoësäure, Hydrazindisulfonsäure, Milchsäure, Addukte von ungesättigten Säuren, cyclischen Dicarbonsäureanhydriden, Lactonen, Sultonen, cyclischen Sulfaten an aliphatische oder aromatische Diamine, Triamine, Diaminole oder Amindiole, ferner die hydrierten Addukte von ungesättigten Nitrilen, wie Acrylnitril an Aminosäuren, wie Glycin oder Taurin, oder ihre Salze, sowie Methyldiäthanolamin, n - Butyldiisopropanolamin, 1,3 - Amino - N,N - dimethylaminopropan oder Bis-(N,N- $\gamma$ -aminopropyl)-methylamin. Beispiele für die salzbildenden Gegenkomponenten, die mit den zur Salzbildung befähigten Gruppen unter Salzbildung reagieren, sind ebenfalls in der belgischen Patentschrift 653 223 enthalten.

Auch die Herstellung von Dispersionen von polysiloxanmodifizierten Polyurethanen kann durch Umsetzung von bekannten polysiloxanmodifizierten Polyurethanen mit Substanzen, die der polysiloxanmodifizierten Polyurethanmasse Salzcharakter verleihen, nachträglich am hochmolekularen Produkt vorgenommen werden, beispielsweise mit Sultonen, Lactonen, cyclischen Sulfaten oder Dicarbonsäureanhydriden. In einer besonderen Ausführungsform werden die zur Salzbildung befähigten Gruppen nur teilweise in Salzform übergeführt, so daß noch freie, nicht in die Salzform übergeführte Gruppen vorhanden sind. Durch das Verhältnis der freien, beispielsweise sauren Gruppen zu den in die Salzform übergeführten Gruppen kann so nach dem Massenwirkungsgesetz a priori ein gewünschter pH-Wert eingestellt werden.

Wässrige Dispersionen von polysiloxanmodifizierten Polyurethanen, die salzartige Gruppen enthalten, können auch dadurch erhalten werden, daß die Verbindung mit reaktionsfähigen Wasserstoffatomen mit einem Molekulargewicht von 300 bis 20 000 und/oder die Polysiloxane mit reaktionsfähigen Wasserstoffatomen mit einem Molekulargewicht von 300 bis 20 000 salzartige oder zur Salzbildung befähigte Gruppen enthalten.

Die wässrigen, erfindungsgemäß zu verwendenden polysiloxanmodifizierten Polyurethandispersionen sind stabil, lager- und versandfähig und können erfindungsgemäß in Folien, Filme, Fäden oder Flächengebilde übergeführt werden. Die Isolierung der polysiloxan-

modifizierten Polyurethanmassen aus den Dispersionen geschieht durch Koagulation oder Entfernen des Wassers durch Verdunsten gegebenenfalls bei höherer Temperatur, wobei je nach Zusammensetzung klare, transparente oder opake Kunststoffe mit thermoplastischen oder elastischen Eigenschaften anfallen.

Zu diesem Zweck werden beispielsweise die Dispersionen mittels einer Spritzpistole oder einer Rakel auf die zu beschichtenden oder zu imprägnierenden Substrate wie Natur- oder Kunstleder-, Papier- oder Textilbahnen aufgetragen und bei Raumtemperatur oder bei 80 bis 160°C, gegebenenfalls in Gegenwart von Vernetzungsmitteln, getrocknet.

Zur Griffgestaltung von Baumwoll- oder Zellwollwaren werden die Dispersionen zweckmäßig foulardmäßig appliziert. Nach der Kondensation mit Hexamethyolmelaminmethyläther und Ammoniumchlorid, 5 Minuten bei 150°C, werden z. B. nach dem im Beispiel 1 beschriebenen Verfahren weiche, angenehm fließende Griffeffekte erzielt.

Es läßt sich weiterhin zeigen, daß die Naßknitterwinkel durch die erfindungsgemäßen Ausrüstungen verbessert werden. Dazu wird Baumwollpopeline foulardmäßig behandelt, wobei die verwendete Flotte jeweils 50g/l Feststoff der Dispersion, 120 g Dimethyolharnstoffdimethyläther und 10 g/l Magnesiumchlorid enthält. Das Gewebe wird getrocknet und 5 Minuten bei 150°C kondensiert. Die ermittelten Knitterwinkel sind nachstehend aufgeführt:

	Naßknitterwinkel		Trockenknitterwinkel	
	K	S	K	S
35 Nichtausgerüstetes Gewebe .....	67	77	48	61
40 Ausgerüstetes Gewebe mit Dispersion, aus Beispiel 1	129	139	170	170
45 Dispersion, aus Beispiel 2 .....	138	134	155	168

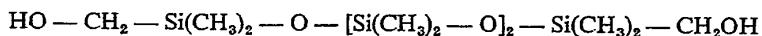
Ebenso wird die Scheuerfestigkeit von nach dem erfindungsgemäß Verfahren erhaltenen Beschichtungen von Geweben günstig beeinflußt. So weist eine nach dem im Beispiel 1 beschriebenen Verfahren erhaltene Beschichtung von Baumwollpopeline folgende Scheuerwerte auf:

	Touren Rep.
Blindversuch .....	200
Erfindungsgemäß behandelt nach Beispiel 1 .....	250

55 Beschichtete Papiere zeigen einen matten, seidenartigen Oberflächenglanz. Eine weißlich-opak eingestellte Beschichtungsmasse erzeugt einen gleichmäßigen matten Überzug, der Unebenheiten und farbige Ungleichmäßigkeiten des Untergrundes verdeckt.

60 Die Überführung in Folien, Filme, Fäden oder Flächengebilde kann auch in Gegenwart von bekannten Vernetzungsmitteln erfolgen. Dazu werden Dispersionen verwendet, bei deren Herstellung, während derselben oder nachher, polyfunktionelle, vernetzend wirkende Substanzen mitverwendet worden sind, die nach Verdunsten des Wassers bei Raum- oder erhöhter Temperatur chemische Vernetzung bewirken.

Genannt seien Schwefel, Schwefelsole, Formaldehyd, Formaldehyd abgebende oder wie Formaldehyd reagierende Substanzen, Polymethyolverbindungen von Melaminen, Harnstoffen oder Dicyandiamid oder deren Methyl- oder Butyläther, lösliche Formaldehydharze von Phenolen, Harnstoffen oder Melaminen, Epoxydverbindungen, wie die Polyglycidyläther von mehrwertigen Alkoholen, wie Glykol, Diäthenglykol, Glycerin oder Sorbit, freie oder partiell oder vollständig verkappte Polyisocyanate, Carbodiimide, Polyamine, Polysäuren, Polyhalogenide, Verbindungen zwei- oder mehrwertiger Metalle, wie beispielsweise Dioxyde, Carbonate oder Hydroxyde des Calciums, Zinks oder Magnesiums, organische oder anorganische Peroxyde. Schließlich können auch Füllstoffe, Weichmacher, Pigmente, Fluß- und Kieselsäuresole, Aluminium-, Ton- und Asbestdispersionen in die polysiloxanmodifizierten Polyurethandispersionen eingebracht worden sein, indem sie während der Herstellung der Dispersion oder der fertigen Dispersion zugegeben worden sind.



mit einem OH-Gehalt von 2,7% und mit 55,0 g 1,6-Hexandiisocyanat versetzt und 2 Stunden bei 120°C umgesetzt. Bei 60°C wird die Schmelze mit 800 ml Aceton aufgenommen und mit einer Mischung aus 7,52 g 1,2-Äthylendiamin, 15,25 g 1,3-Propansulton und 70 ml 10%iger Kalilauge in 50 ml Wasser versetzt. Nach Beendigung der Reaktion werden 480 ml Wasser eingetragen. Wenn der Reaktionsansatz homogen geworden ist, wird das Wasser abdestilliert. Es wird eine stabile, weiße Dispersion mit einem Feststoffgehalt von 39,0% und einem pH-Wert von 6 erhalten. Die Dispersion ist gegen 10%ige wäßrige Natriumchloridlösung stabil.

### Beispiel 1

Die obige Dispersion trocknet zu elastischen, opaken Überzügen mit angenehmen Griffeffekten auf. Bei Zusatz von Salzsäure tritt Koagulation ein. Eine ohne Mitverwendung des obigen Polysiloxans verwendete Polyurethandispersion trocknet zu klaren Überzügen von vergleichsweise hartem und leerem Griff auf.

### Ausgangsprodukt 2

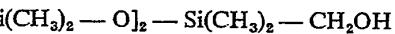
Aus 202,0 g Adipinsäure - 1,6 - Hexandiol - Neopentylglykol-Polyester (Molverhältnis 30:22:12; OH-Zahl 65,85), 7,9 g der Polysiloxanverbindung aus Ausgangsprodukt 1 und 38,0 g 1,6-Hexandiisocyanat wird wie im Ausgangsprodukt 1 ein Voraddukt hergestellt und nach Abkühlen auf 60°C mit 700 ml Aceton aufgenommen. Zu der acetonischen Lösung wird eine Mischung aus 3,76 g 1,2-Äthylendiamin, 7,63 g 1,3-Propansulton und 25 ml 10%iger Natronlauge in 50 ml Wasser gegeben und 425 ml Wasser eingerührt. Der Ansatz wird nachgerührt, bis die auf-

5 Die Dispersionen können vor ihrer erfundungsgemäßen Verwendung mit gleichgeladenen Dispersionen verschnitten worden sein, wie z. B. mit Polyvinylchlorid-, Polyäthylen-, Polystyrol-, Polybutadien-, Copolymerisatdispersionen oder reinen Polysiloxanemulsionen.

10 Die Verfahrensprodukte weisen gute Wasser-, Öl- und Chemischreinigungsbeständigkeit auf und verleihen besonders Textilien einen weichen und vollen Griff. Bei höheren Temperaturen, beispielsweise oberhalb 150°C, sind die Verfahrensprodukte gegenüber Vergilbung stabilisiert.

### Ausgangsprodukt 1

15 105,3 g Adipinsäure - 1,6 - Hexandiol - Neopentylglykol-Polyester (Molverhältnis 30:22:12; OH-Zahl 66,6) werden bei 120°C/12 Torr 30 Minuten entwässert und anschließend mit 78,7 g des Polysiloxans der durchschnittlichen Formel



20 25 treten Schlieren verschwunden sind. Nach Abdampfung des Acetons wird eine rein wäßrige 40%ige weiße Dispersion erhalten.

### Beispiel 2

25 Diese Dispersionen trocknen erfundungsgemäß leicht zu opaken, wasserfesten Folien auf. Die Folien haben einen angenehmen weichen und warmen Griff.

### Ausgangsprodukt 3

30 35 105,3 g Adipinsäure - 1,6 - Hexandiol - Neopentylglykol-Polyester (Molverhältnis 30:22:12; OH-Zahl 66,6), 78,7 g der Polysiloxanverbindung aus Ausgangsprodukt 1 und 42,0 g 1,6-Hexandiisocyanat werden 2 Stunden bei 120°C zur Reaktion gebracht. Die zähe Schmelze wird bei 60°C mit 600 ml Aceton aufgenommen und langsam unter Rühren in eine Lösung aus 18,1 g Bis-(N,N- $\gamma$ -aminopropyl)-methylamin in 600 ml Aceton eingerührt.

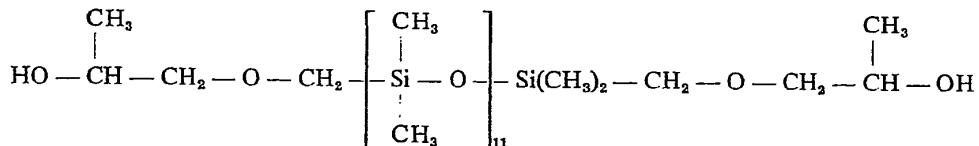
40 45 Nach 30 Minuten wird auf 55 bis 60°C aufgeheizt und 11,6 g Dimethylsulfat zugefügt. Nach Zugabe von 550 ml Wasser wird das Aceton abdestilliert. Die erhaltene Dispersion ist 35,0%ig und mit verdünnten Säuren gut verträglich.

### Beispiel 3

50 Diese Dispersionen werden in bekannter Weise durch Koagulation oder Verdunsten des Wassers in Formkörper übergeführt.

### Ausgangsprodukt 4

55 60 250 g des in Ausgangsprodukt 3 aufgeführten Adipinsäure - 1,6 - Hexandiol - Neopentylglykol - Polyesters (OH-Zahl 60) werden aufgeschmolzen und mit 2,5 ccm eines Polysiloxans der allgemeinen Formel



innig vermischt. Anschließend wird bei Raumtemperatur mit 175 g Toluylendiisocyanat (Isomerengemisch 65 : 35) versetzt, auf 80°C aufgeheizt und 30 Minuten bei dieser Temperatur belassen. Der Schmelze werden bei 30°C 50 g Butandiol und 30 g N-Methyldiäthanolamin in 300 ccm Aceton zugefügt. Nach 2,5 Stunden Rühren bei 55°C wird mit 400 ccm Aceton verdünnt und noch 3 Stunden nachgerührt. Die 48%ige Acetonlösung hat eine Viskosität von 117 St.

400 g dieser Lösung werden mit 8,8 ccm Dimethylsulfat bei 50°C alkyliert, anschließend mit 10 ccm Wasser und 200 ccm Aceton verdünnt und hierauf mit 400 ccm Wasser versetzt. Nach Abdestillieren des Acetons wird eine 33,6%ige wäßrigkolloide Polyurethanlösung von salbenartiger Konsistenz erhalten.

#### Beispiel 4

Beim Aufrocknen dieser Dispersionen werden seidenglänzende Überzüge von angenehmem Griff und guter Lichtbeständigkeit erhalten.

Ein ohne Polysiloxanzusatz in der Dispersion durchgeführter Vergleichsversuch führt unter gleichen Bedingungen zu einer dünnen kolloiden Lösung, die zu klasklaren, hochglänzenden Überzügen von vergleichsweise kaltem Griff aufrocknet. Neben dem Griffeffekt wird also durch Einbau des Siloxans in die Dispersion eine Verringerung der Kolloidteilchengröße erreicht.

#### Ausgangsprodukt 5

Es wird wie im Ausgangsprodukt 4 verfahren, jedoch werden an Stelle von 8,8 ccm Dimethylsulfat nur 4,4 ccm Dimethylsulfat (49% der theoretischen Menge) und nach Alkylierung noch 2 ccm Eisessig zugefügt.

#### Beispiel 5

Es werden mit den erfundungsgemäß zu verwendenden Dispersionen vergleichbare Ergebnisse wie im Beispiel 4 erhalten, jedoch ist der Verdickungseffekt nur geringfügig.

#### Ausgangsprodukt 6

250 g des Polyesters aus Ausgangsprodukt 4 werden aufgeschmolzen und mit 5,0 ccm des Polysiloxans aus Ausgangsprodukt 4 innig vermischt. Anschließend wird bei Raumtemperatur mit 272 g Toluylendiisocyanat versetzt, auf 80°C aufgeheizt und 30 Minuten

bei dieser Temperatur belassen. Der Schmelze werden bei 30°C 100 g Butandiol und 30 g N-Methyldiäthanolamin in 400 ccm Aceton zugefügt.

Nach 3 Stunden Rühren bei 55°C wird mit 500 ccm Aceton verdünnt und noch 1 Stunde nachgerührt.

Zu 750 g dieser 48%igen Polyurethanlösung gibt man 6,5 ccm Dimethylsulfat und bei 50°C langsam 40 ccm Wasser, anschließend 3,8 ccm Eisessig und 560 ccm Wasser. Hierauf wird Aceton abdestilliert.

10 Man erhält einen 42%igen Latex.

#### Beispiel 6

Diese Dispersion trocknet zu seidenmatten, harten, wasserfesten und lichtbeständigen Überzügen auf. Die Überzüge besitzen einen weichen angenehmen, seidigen Griff.

Vergleichsweise ohne Polysiloxan in der Dispersion hergestellte Produkte sind hochglänzend und von kaltem Griff.

#### Patentanspruch:

Verfahren zur Herstellung von Folien, Filmen, Fäden oder Flächengebilden, einschließlich Beschichtungen, aus nach dem Isocyanat-Polyadditions-Verfahren auf der Grundlage von Verbindungen mit reaktionsfähigen Wasserstoffatomen mit einem Molekulargewicht von 300 bis 20000, Polyisocyanaten und, gegebenenfalls Kettenverlängerungsmitteln, in bekannter Weise hergestellten wäßrigen Polyurethandispersionen durch Koagulation oder Entfernen des Wassers durch Verdunsten, gegebenenfalls bei erhöhter Temperatur und gegebenenfalls in Gegenwart von bekannten Vernetzungsmitteln, d a d u r c h g e k e n n - z e i c h n e t, daß solche Polyurethandispersionen verwendet werden, bei deren Herstellung 0,05 bis 300 Gewichtsprozent Polysiloxane mit gegenüber NCO-Gruppen reaktionsfähigen Wasserstoffatomen mit einem Molekulargewicht von 194 bis 20000, bezogen auf die Verbindung mit reaktionsfähigen Wasserstoffatomen mit einem Molekulargewicht von 300 bis 20000, mitverwendet werden sind.

In Betracht gezogene Druckschriften:  
Deutsche Auslegeschrift Nr. 1 097 678.

THIS PAGE BLANK (USPTO)